

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-282121

(43)Date of publication of application : 23.10.1998

(51)Int.Cl.

G01N 37/00

G01B 7/34

G01B 21/30

(21)Application number : 09-091216

(71)Applicant : SEIKO INSTR INC

(22)Date of filing : 09.04.1997

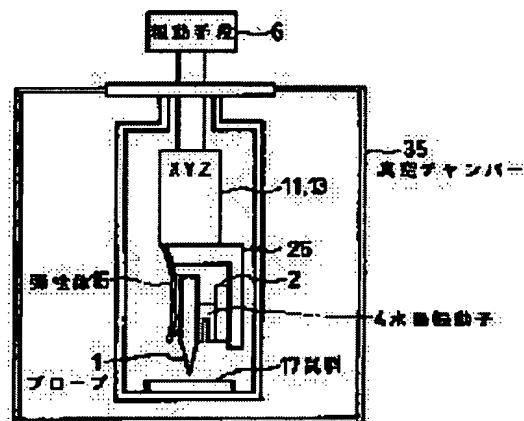
(72)Inventor : TOMITA EISUKE

## (54) SCANNING PROBE MICROSCOPE

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To measure a surface shape with excellent reproducibility by fixing a probe to a crystal vibrator with the spring pressure of an elastic body.

**SOLUTION:** A crystal vibrator 4 and a piezoelectric vibrator 2 are adhered and fixed to a crystal vibrator holder 25. When an AC voltage is applied to a plate-shaped PZT element, the PZT element vibrates and the piezoelectric vibrator 2 forces to vibrate the crystal vibrator 4. When the crystal vibrator 4 vibrates, an electric charge is induced in the electrode of the crystal vibrator 4 due to the piezoelectric effect and is detected by a current voltage amplification circuit as a current. Since a current that is proportional to the vibration amplitude of the crystal vibrator 4 is generated, the vibration stage of the crystal vibrator 14 can be measured by the detected current. In this case, a probe 1 is fixed to the crystal vibrator 4 by the spring pressure of the elastic body 16. When no optical waveguide probe is fixed, the vibration characteristics of the crystal vibrator, namely a Q value, is for example, approximately 3,000. When the optical waveguide probe is fixed by a spring, the Q value reaches 500 or less. The Q value for a scanning probe microscope preferably ranges from approximately 100 to 400.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.01.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3202646

[Date of registration] 22.06.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-282121

(43) 公開日 平成10年(1998)10月23日

(51) Int.Cl.<sup>9</sup>

識別記号

F I

G 0 1 N 37/00

G 0 1 N 37/00

E

G 0 1 B 7/34

G 0 1 B 7/34

Z

21/30

21/30

Z

審査請求 有 請求項の数14 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平9-91216

(22) 出願日

平成9年(1997)4月9日

(71) 出願人 000002325

セイコーインスツルメンツ株式会社

千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地

(72) 発明者 富田 英介

千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地 セ

イコー電子工業株式会社内

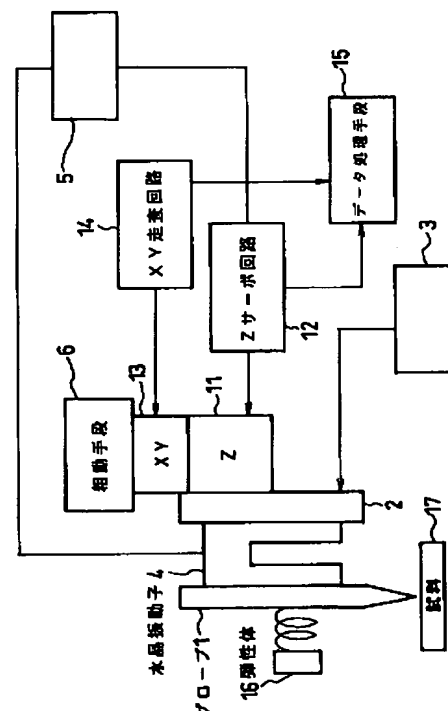
(74) 代理人 弁理士 林 敬之助

(54) 【発明の名称】 走査型プローブ顕微鏡

(57) 【要約】

【課題】 再現性よく表面形状測定が可能な走査型プローブ顕微鏡を提供する。

【解決手段】 先端に探針を有するプローブ1と、圧電振動体2と交流電圧発生手段3からなる加振部と、水晶振動子4と電流電圧増幅回路5からなる振動検出部と、プローブを試料表面に接近させる粗動手段6と、Z軸微動素子11とZサーボ回路12とからなる試料とプローブ間の距離制御手段と、XY微動素子13とXY走査回路14とからなる2次元走査手段と、測定信号の3次元画像化を行うデータ処理手段15とからなり、さらに弾性体16のパネ圧でプローブ1を水晶振動子4に固定することとした走査型プローブ顕微鏡の構成とした。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 先端に探針を有するプローブと、圧電振動体と交流電圧発生手段からなる加振部と、水晶振動子と電流電圧増幅回路からなる振動検出部と、プローブを試料表面に接近させる粗動手段と、Z軸微動素子とZサーボ回路とからなる試料とプローブ間の距離制御手段と、XY微動素子とXY走査回路とからなる2次元走査手段と、測定信号の3次元画像化を行うデータ処理手段とからなる走査型プローブ顕微鏡において、

a) 弾性体のバネ圧でプローブを水晶振動子に固定することを特徴とする走査型プローブ顕微鏡。

【請求項2】 プローブが走査型トンネル顕微鏡の探針であることを特徴とする請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項3】 プローブが原子間力顕微鏡のカンチレバーであることを特徴とする請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項4】 カンチレバーが磁性体からなる磁気力顕微鏡のカンチレバーであることを特徴とする請求項3記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項5】 カンチレバーが導電性のカンチレバーであり、試料表面の電位または電流を検出する手段がさらに含まれることを特徴とする請求項3記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項6】 試料を冷却する手段がさらに含まれることを特徴とする請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項7】 試料を加熱する手段がさらに含まれることを特徴とする請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項8】 試料を真空中に保持する手段がさらに含まれることを特徴とする請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項9】 試料を不活性ガスまたは反応性ガス中に保持する手段がさらに含まれることを特徴とする請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項10】 試料を液体中に保持する手段がさらに含まれることを特徴とする請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項11】 試料表面の測定位置を移動できる試料ステージがさらに含まれることを特徴とする請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項12】 試料表面に光照射を行う手段がさらに含まれることを特徴とする請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項13】 試料を透過した光または試料表面の反射光または試料表面からの発光を集光する手段および検出する手段がさらに含まれることを特徴とする請求項12記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項14】 光の周期的変調手段とロックイン検出手段がさらに含まれることを特徴とする請求項13記載の走査型プローブ顕微鏡。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水晶振動子をプローブの位置制御に利用する走査型プローブ顕微鏡に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、走査型プローブ顕微鏡の位置制御方式としては、トンネル電流検知方式及びエバネセント光検知方式、原子間力検知方式などが知られていた。トンネル電流をプローブの位置制御に利用した走査型プローブ顕微鏡としては、走査型トンネル顕微鏡（STM）があり、またエバネセント光をプローブの位置制御に利用した走査型プローブ顕微鏡としてはフォトンSTMがあるが、測定試料が限定されることから、原子間力をプローブの位置制御に利用した原子間力顕微鏡（AFM）、近接場走査光学顕微鏡（NSOM）などが主に利用されている。原子間力検知方式には、プローブの変位をレーザー光により検出する方式と水晶振動子の発生電流の変化を利用する方式がある。

【0003】プローブの変位検出にレーザー光を用いる走査型プローブ顕微鏡としては、例えば、「特開平6-50750、力検知手段を含む走査型顕微鏡、ロバート・エリック・ベッツィング」に開示されている。プローブの変位検出に水晶振動子を用いる走査型プローブ顕微鏡としては、例えば、カレド・カライ等により、Appl. Phys. Lett. 66(14)、1995、1842~1844ページに開示されている。以下、これらの装置の概略を述べる。

【0004】図2は従来の「レーザー光を用いる走査型プローブ顕微鏡」の概略図である。光ファイバー310の先端をテーパ状70に加工する。XYZステージ50上に試料台20が設置されている。試料台の上には試料30がセットされている。光ファイバープローブ70を微動素子40を用いて、試料面と平行に振動させる。プローブ先端には試料表面からの水平方向の力すなわちシアフォースが働き、プローブの振動状態が変化する。プローブ70の振動状態の測定には、位置制御用のレーザー光（図では省略）を先端に照射し、プローブ70の影をレンズ90と光検出器30で検出することで行う。シアフォースを一定に保持するように、すなわち、振幅変化または位相変化を一定に保持するように微動素子40を用いて、試料表面とプローブ先端の距離を制御する。試料からの距離に応じてシアフォースが急速に減衰することを利用して、試料表面とプローブ先端との距離をナノメートルのオーダーで一定に制御できる。XYZ微動素子40を用いて、試料表面をラスタ走査する。このようにして、試料の表面形状がナノメートルのオーダーで測定できる。

【0005】図3は従来の「水晶振動子を用いる走査型プローブ顕微鏡」の主要部の概略図である。400は光

ファイバースコープ、410は水晶振動子である。光ファイバースコープを水晶振動子に接着する。水晶振動子を振動用ピエゾ素子（図では省略）で共振させる。水晶振動子の振動により、光ファイバースコープは振動する。プローブの先端が試料に接近すると、プローブ先端には試料表面からの水平方向の力すなわちシアフォースが働き、水晶振動子の振動状態が変化する。水晶の圧電効果による発生電荷を測定することで、水晶振動子の振動状態を測定する。シアフォースを一定に保持するように、すなわち、水晶振動子の出力の振幅変化または位相変化を一定に保持するようにピエゾ圧電スキャナー（図では省略）を用いて、試料表面とプローブ先端の距離を制御する。試料からの距離に応じてシアフォースが急速に減衰することを利用して、試料表面とプローブ先端との距離をナノメートルのオーダーで一定に制御できる。XYZ微動素子（図では省略）を用いて、試料表面をラスタ走査する。このようにして、試料の表面形状がナノメートルのオーダーで測定できる。

#### 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかし、このような従来の走査型プローブ顕微鏡では、以下に述べるような欠点があった。レーザー光を用いる走査型プローブ顕微鏡では、シアフォース検出のためにレーザー光を光プローブ先端近傍の試料表面に照射し、その反射光中のプローブ先端像（影）を検出している。このため、反射光量が試料表面の形状、反射率に影響されやすく、振動振幅の測定が困難であり、正確な表面形状測定が困難となっていた。また、レーザー光の位置合わせが容易でなく、データの再現性に問題があった。

【0007】水晶振動子を用いる走査型プローブ顕微鏡では、水晶振動子とプローブの接着部が極めて微小領域（例えば、一辺が約100 $\mu\text{m}$ の正方形部分）となりやすく、接着作業が困難であった。また、接着量および硬化度、接着部位などにより、水晶振動子の素子特性が変化しやすく、再現性よい振動子センサーを得ることが困難となっていた。このため、工業用の目的では利用が困難となっていた。また、プローブの交換時には、水晶振動子と共に交換しなければならず、コストアップとともに再現性のある表面形状測定が不可能となっていた。

#### 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の走査型プローブ顕微鏡は、先端に探針を有するプローブと、圧電振動体と交流電圧発生手段からなる加振部と、水晶振動子と電流電圧増幅回路からなる振動検出部と、プローブを試料表面に接近させる粗動手段と、Z軸微動素子とZサーボ回路とからなる試料とプローブ間の距離制御手段と、XY微動素子とXY走査回路とからなる2次元走査手段と、測定信号の3次元画像化を行うデータ処理手段とから構成され、弾性体のバネ圧でプローブを水晶振動子に固定することを特徴とする走査型プローブ顕微鏡とし

た。そしてこのような構成をとることにより、再現性よく表面形状測定が可能な走査型プローブ顕微鏡を提供する。

#### 【0009】

【実施の形態】図1は、本発明の走査型プローブ顕微鏡の概略図である。本発明の走査型プローブ顕微鏡は、先端に探針を有するプローブ1と、圧電振動体2と交流電圧発生手段3からなる加振部と、水晶振動子4と電流電圧増幅回路5からなる振動検出部と、プローブを試料表面に接近させる粗動手段6と、Z軸微動素子11とZサーボ回路12とからなる試料とプローブ間の距離制御手段と、XY微動素子13とXY走査回路14とからなる2次元走査手段と、測定信号の3次元画像化を行うデータ処理手段15とから構成され、弾性体16のバネ圧でプローブ1を水晶振動子4に固定する。

【0010】プローブを水平に振動させながら試料表面近傍に接近させると、プローブ先端にシアフォースが働き、プローブの振動振幅が減少する。プローブと水晶振動子とはバネ圧で固定され一体として作動するため、プローブの振動振幅の減少は水晶振動子の振動振幅の減少となる。水晶振動子の振動振幅の減少は、出力電流の減少となり電流電圧増幅回路で検出される。水晶振動子の出力電流を一定にするように、Z軸微動素子とZサーボ回路により試料とプローブとの距離を制御することで、プローブ先端が試料面から一定の距離に保たれる。このような状態でプローブを試料面内で相対的に2次元走査し、3次元画像化を行うようにした。

【0011】上記のように、プローブと試料との距離制御を水晶振動子を用いて行うことで、レーザー光を用いる走査型プローブ顕微鏡のような位置制御用レーザーが不要となり、レーザー光の位置および反射光量の変動によるデータの不正確さの問題を回避できる。また、弾性体のバネ圧でプローブを水晶振動子に固定することで、従来の水晶振動子を用いる走査型プローブ顕微鏡で問題となっていた接着の変動によるデータの変動がなく、また、プローブ交換時にはプローブのみ交換すればよいため、同一の水晶振動子が使用でき、測定条件の再現性、さらにデータの再現性を高めることが可能である。また、プローブ交換のみであるため、低コストであり、かつ困難な接着が不要となり、取り扱いが極めて簡単になる。

#### 【0012】

【実施例】以下に、この発明の実施例を説明する。

【実施例1】図4は、本発明の走査型プローブ顕微鏡の実施例1の概略図である。試料の雰囲気制御できる走査型プローブ顕微鏡としての実施例を示した。

【0013】水晶振動子4と圧電振動体2は、水晶振動子ホルダー25に接着固定されている。圧電振動体としては板状のPZT素子を、水晶振動子としては時計用の水晶振動子を用いた。PZT素子に交流電圧を印加する

とPZT素子が振動し、水晶振動子を強制振動させる。振動周波数を水晶振動子の共振周波数(例えば32.7kHz)にすると、水晶振動子が共振する。水晶振動子が振動すると、圧電効果により水晶振動子の電極に電荷が誘起され、電流として電流電圧増幅回路により検出される。水晶振動子の振動振幅に比例した電流が発生するため、検出された電流により水晶振動子の振動状態が測定できる。圧電振動体としてはPZT板の他、円筒形のPZTスキャナーや積層PZT板などが考えられ、いずれも本発明に含まれる。また、水晶振動子としては時計用以外の水晶振動子も本発明に含まれる。

【0014】プローブ1は、弾性体16のバネ圧で水晶振動子に固定される。プローブとしては、タングステンの先端を化学エッチングし、テーパ状に加工したものをを用いた。プローブとしては、このように金属プローブの他、シリコンや窒化シリコンのカンチレバーや光ファイバーやガラスピペットをテーパ状に加工したものも考えられ、本発明に含まれる。また、テーパ加工方法については、化学エッチングの他、機械的研磨や加熱延伸加工も考えられ、本発明に含まれる。探針先端については、磁性体膜を形成し磁気力検知プローブとしたものや金や白金膜を形成し導電性プローブとしたものも考えられ、いずれも本発明に含まれる。弾性体としては、ステンレス鋼の板バネを用いた。水晶振動子は力検出感度が高いため、弾性体のバネ定数は小さいものが望ましい。本発明では、厚さ100 $\mu$ m、幅1mm、長さ10mmの片持ちバネを用いた。弾性体としては、この他、りん青銅の板バネやコイル状のバネ、シリコンゴムなどのゴム類などが考えられ、いずれも本発明に含まれる。また、プローブ自身のバネ性を生かして固定することも可能であり、本発明に含まれる。バネ固定の場合、バネ圧のめあすとしては、水晶振動子の振動特性すなわちQ値を利用する。光導波プローブを固定しない場合、水晶振動子のQ値は、例えば、3000程度である。光導波プローブをバネ固定すると、Q値は500以下になる。走査型プローブ顕微鏡として望ましいQ値は100~400程度である。Q値がこの範囲になるようにバネ圧を調整する。

【0015】水晶振動子ホルダー25はXYZ微動素子11、13に固定される。微動素子としては、XYZの3軸スキャナーが一体となった円筒形ピエゾ圧電素子を用いた。微動素子としては、この他、Z軸とXY軸が分離したピエゾスキャナーや電歪素子を用いたものが考えられ、本発明に含まれる。この他、ピエゾステージや平行バネを用いたステージ、1軸ピエゾ素子をXYZの3軸に配置し一体化したトライポッド形圧電素子、積層形のピエゾスキャナーなどが考えられ、いずれも本発明に含まれる。

【0016】プローブの試料17への接近には粗動手段6を用いる。粗動手段としては、ステッピングモーター

と減速ギヤ、粗動ネジ、リニアガイドからなる粗動機構を用いた。粗動機構については、この他に、Zステージにステッピングモーターを付加したものや、圧電素子を用いたステージ、例えばインチワーム機構などやZステージと圧電素子を組み合わせたステージなどが考えられ、いずれも本発明に含まれる。

【0017】真空チャンバー18を用いて、試料を真空中に保持した。このようにして試料を真空中に保持できる。また、真空チャンバーにガス導入口をつけ、試料を不活性ガスや反応性ガス中にさらすことも可能であり、本発明に含まれる。このような構成により、ナノメーターのオーダーで再現性よく表面形状が測定できた。

【0018】[実施例2]図5は、本発明の走査型プローブ顕微鏡の実施例2の概略図である。試料を加熱冷却できる走査型近接場光学顕微鏡としての実施例を示した。レーザー光源19から出た光は光変調器27によって周期的に振幅変調を受ける。光変調器としては、音波による光変調器(AOモジュレータ)を用いた。光変調器としては、この他、電界による光変調器(EOモジュレータ)やモーターで光チョッパーを回転させる機械式モジュレータなどが考えられ、いずれも本発明に含まれる。変調されたレーザー光は、カップリング21によって光導波プローブ1に導入する。光導波プローブはプローブ自身のバネ圧により水晶振動子4に固定される。光導波プローブの先端開口より試料17に照射する。試料からの反射光をレンズ7、ミラー23、22と光学窓24を介して、レンズ8で集光する。集光された光は、ハーフミラー31で2方向に分岐し、光検出器9とCCDカメラ29で測定される。ハーフミラーは、場合によっては、ダイクロイックミラーで置き換えることも可能であり、また、光量確保のため、ミラーを使用しないことも考えられる。光検出器9によって検出された光は、ロックインアンプを用いて、S/N比よく測定され、データ処理手段15で3次元の画像化を行う。

【0019】試料表面の測定領域の移動は、試料のXYステージ26を用いて行う。XYステージとしては、ピエゾ駆動方式のXYステージを用いた。XYステージとしては、この他、ステッピングモーターとXYステージを組み合わせたステージなどが考えられるが、本発明に含まれる。試料の冷却には、クライオスタットを用いた。ヘリウムガスフローによる冷却機構を有しているため、短時間(約30分)で試料温度を室温から液体ヘリウム温度まで冷却できる。試料を冷却する手段としては、この他に、銅などの金属を冷却し、真空中の試料に接触させて冷却する方法や液体ヘリウムの断熱膨張を利用した機械式冷凍機などが考えられるが、いずれも本発明に含まれる。試料の加熱には、ヒーター32を用いた。ヒーターとしてはマンガン線を用い銅の試料台の外側に巻き付ける構成とした。ヒーターに流す電流を制御して加熱を行う。ヒーターとしては、タングステン線

や炭素薄膜、マンガン薄膜を利用することも考えられ本発明に含まれる。以上のような構成により、試料の温度を液体ヘリウム温度の低温から高温まで変化した状態で、試料表面に、光導波プローブの波長以下の開口よりレーザー光を照射し、反射光をレンズで集光し、光検出器で検出できた。光導波プローブを試料面内で走査することにより、ナノメーターのオーダーで再現性よく表面形状が測定でき、同時に試料面内の反射光分布を波長以下の高分解能で測定できた。

【0020】〔実施例3〕図6は、本発明の走査型プローブ顕微鏡の実施例3の概略図である。試料を液体中に保持できる走査型プローブ顕微鏡としての実施例を示した。試料17は液セル33中に保持され、液体34で満たされる。この他の構成については、真空チャンバーを除いて実施例1と同様である。このような構成により、液中の試料についてもナノメーターのオーダーで再現性よく表面形状が測定できた。

#### 【0021】

【発明の効果】以上説明したように、この発明では、先端に探針を有するプローブ1と、圧電振動体2と交流電圧発生手段3からなる加振部と、水晶振動子4と電流電圧増幅回路5からなる振動検出部と、プローブを試料表面に接近させる粗動手段6と、Z軸微動素子11とZサーボ回路12とからなる試料とプローブ間の距離制御手段と、XY微動素子13とXY走査回路14とからなる2次元走査手段と、測定信号の3次元画像化を行うデータ処理手段15とから構成され、弾性体16のバネ圧でプローブ1を水晶振動子4に固定することとした。

【0022】上記のように、プローブと試料との距離制御を水晶振動子を用いて行うことで、レーザー光を用いる走査型プローブ顕微鏡のような位置制御用レーザーが不要となり、レーザー光の位置および反射光量の変動によるデータの不正確さの問題を回避できる。また、弾性体のバネ圧で光導波プローブを水晶振動子に固定することで、従来の水晶振動子を用いる走査型プローブ顕微鏡で問題となっていた接着の変動によるデータの変動がなく、また、プローブ交換時にはプローブのみ交換すればよいため、同一の水晶振動子が使用でき、測定条件の再現性、さらにデータの再現性を高めることが可能である。また、プローブ交換のみであるため、低コストであり、かつ困難な接着が不要となり、取り扱いが極めて簡単になる。このようにして再現性の高い走査型プローブ顕微鏡が実現できる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の走査型プローブ顕微鏡の概略図であ

る。

【図2】従来のレーザー光を用いる走査型プローブ顕微鏡の概略図である。

【図3】従来の水晶振動子を用いる走査型プローブ顕微鏡の概略図である。

【図4】本発明の走査型プローブ顕微鏡の実施例1の概略図である。

【図5】本発明の走査型プローブ顕微鏡の実施例2の概略図である。

10 【図6】本発明の走査型プローブ顕微鏡の実施例3の概略図である。

#### 【符号の説明】

- |       |           |
|-------|-----------|
| 1     | プローブ      |
| 2     | 圧電振動体     |
| 3     | 交流電圧発生手段  |
| 4     | 水晶振動子     |
| 5     | 電流電圧増幅回路  |
| 6     | 粗動機構      |
| 7     | レンズ       |
| 20 8  | レンズ       |
| 9     | 光検出器      |
| 11    | Z軸微動素子    |
| 12    | Zサーボ回路    |
| 13    | XY微動素子    |
| 14    | XY走査回路    |
| 15    | データ処理手段   |
| 16    | 弾性体       |
| 17    | 試料        |
| 18    | クライオスタット  |
| 30 19 | レーザー光源    |
| 21    | レンズ       |
| 22    | ミラー       |
| 23    | ミラー       |
| 24    | 光学窓       |
| 25    | 水晶振動子ホルダー |
| 26    | XYステージ    |
| 27    | 光変調器      |
| 28    | ロックインアンプ  |
| 29    | CCDカメラ    |
| 40 31 | ハーフミラー    |
| 32    | ヒーター      |
| 33    | 液セル       |
| 34    | 液体        |
| 35    | 真空チャンバー   |



【図5】

